

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表平8-500843

(43)公表日 平成8年(1996)1月30日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	府内整理番号	F I
A 01 N 37/16		9155-4H	
25/02		9155-4H	
25/22		9155-4H	
25/34	Z	9155-4H	
59/00	A	9155-4H	

審査請求 有 予備審査請求 有 (全 18 頁)

(21)出願番号	特願平6-515797
(86) (22)出願日	平成6年(1994)1月5日
(85)翻訳文提出日	平成7年(1995)7月7日
(86)国際出願番号	PCT/GB94/00010
(87)国際公開番号	WO94/15465
(87)国際公開日	平成6年(1994)7月21日
(31)優先権主張番号	9300366.3
(32)優先日	1993年1月9日
(33)優先権主張国	イギリス(G B)

(71)出願人	ソルベイ インテロックス リミテッド イギリス国 チェシャー ダブリューエイ 4 6エイチビイ ウオリントン バロネ ット ロード バロネット ワークス(番 地なし)
(72)発明者	マローン, ジョセフ ウィリアム ジエラ ード イギリス国 リバプール エル36 9ティ エル ロビー チャーチ ロード 33
(74)代理人	弁理士 秋沢 政光 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 組成物とその使用方法

(57)【要約】

低級過脂肪酸、腐食防止剤、ならびに過酸化物安定剤および/または過酸安定剤から成る水性組成物であって、医療装置特に該装置の金属要素の消毒に有効な組成物。そのような組成物を得る方法をも提供する。この方法は、低級過脂肪酸から成る第1の水溶液を、過酸化水素、腐食防止剤、ならびに過酸化水素安定剤および/または過酸安定剤から成る第2の水溶液と混合することから成る。そのような組成物を得るために、第1および第2の水溶液は2パック系の形にすることができる。

【特許請求の範囲】

1. 水性消毒剤組成物を製造する方法であって、低級過脂肪酸から成る第1の水溶液を、過酸化水素、腐食防止剤、ならびに過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤から成る第2の水溶液と混合することから成ることを特徴とする方法。
。
2. 低級過脂肪酸から成る第1の水溶液を、過酸化水素、腐食防止剤、ならびに過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤から成る第2の水溶液と混合することから成る方法によって得られることを特徴とする消毒剤組成物。
3. 消毒剤組成物の製造のための2パック系であって、一つのパックが低級過脂肪酸から成る第1の水溶液を含み、他のパックが過酸化水素、腐食防止剤、ならびに過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤から成る第2の水溶液を含むことを特徴とする2パック系。
4. 第1の水溶液が該水溶液の2～10wt%の量だけC₂～C₉過脂肪酸たとえば過酢酸を含むことを特徴とする、それぞれ請求項1、2、または3に記載の方法、組成物、または2パック系。
5. 第1の水溶液が該水溶液の3～7wt%の量だけC₂～C₉過脂肪酸たとえば過酢酸を含むことを特徴とする、請求項4に記載の方法、組成物、または2パック系。
6. 第2の水溶液が該水溶液の0.1～5wt%の腐食防止剤を含むことを特徴とする、それぞれ請求項1、2、または3に記載の方法、組成物、もしくは2パック系、または請求項4もしくは5に記載の方法、組成物もしくは2パック系。
。
7. 第2の水溶液が該水溶液の0.1～1wt%の腐食防止剤を含むことを特徴とする、請求項6に記載の方法、組成物、または2パック系。
8. 腐食防止剤がアルカリ金属リン酸塩であることを特徴とする、請求項6または7に記載の方法、組成物、または2パック系。
9. 腐食防止剤が第2リン酸カリウムであることを特徴とする、請求項8に記載の方法、組成物、または2パック系。
10. 第2の水溶液が該水溶液の0.1～約2wt%の過酸化水素安定剤およ

び／または過酸安定剤を含むことを特徴とする、請求項1～9のいずれか一項記載の方法、組成物、または2パック系。

11. 第2の水溶液が該水溶液の0.1～0.7wt%の過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤を含むことを特徴とする、請求項10に記載の方法、組成物、または2パック系。

12. 過酸化水素安定剤のみが使用されることを特徴とする、請求項10または11に記載の方法、組成物、または2パック系。

13. 安定剤がホスホン酸またはその塩であることを特徴とする請求項10、11、または12に記載の方法、組成物、または2パック系。

14. 過酸化水素安定剤がシクロヘキサン-1,2-ジアミノテトラメチレンホスホン酸およびその塩であることを特徴とする請求項13に記載の方法、組成物、または2パック系。

15. 第2の溶液が約5wt%より少ない過酸化水素を含むことを特徴とする、請求項1～14のいずれか一項記載の方法、組成物、または2パック系。

16. 第2の溶液が約0.025～約1wt%の過酸化水素を含むことを特徴とする、請求項15に記載の方法、組成物、または2パック系。

17. 第2の溶液が約0.05～約0.2wt%の過酸化水素を含むことを特徴とする、請求項15に記載の方法、組成物、または2パック系。

18. 第1の水溶液と第2の水溶液との体積比が約1：5～約1：50であることを特徴とする、請求項1～17のいずれか一項記載の方法、組成物、または2パック系。

19. 第1の水溶液と第2の水溶液との体積比が約1：10～約1：30であることを特徴とする、請求項18に記載の方法、組成物、または2パック系。

20. 消毒すべき金属要素を有する医療装置の消毒に適した消毒剤組成物であつて、少なくとも約0.05～0.25wt%の過酸、約0.1～約5%の腐食防止剤、ならびに約0.1～約1%の過酸化物安定剤および／または過酸安定剤から成り、前記過酸が平衡状態にないことを特徴とする消毒剤組成物。

21. 0.1～約0.25wt%または約0.25～約0.5wt%の過酸を含み、前記過酸が平衡状態にないことを特徴とする、請求項20に記載の消毒剤

組成物。

22. 消毒剤組成物の製造のための2パック系であって、一つのパックが3～7wt%の過酢酸から成る第1の水溶液を含み、他のパックが0.025～1wt%の過酸化水素、0.1～0.7wt%のCDTMP、および0.1～1wt%の第2リン酸カリウムから成る第2の水溶液を含むことを特徴とする2パック系。

23. 二つの水溶液のうち一方または両方が、前記水溶液が混合されたときに色変化をする指示薬を含むことを特徴とする、請求項1～22のいずれか一項記載の方法、組成物、または2パック系。

24. 鋼の表面を消毒するのに適していることを特徴とする、請求項1～23のいずれか一項記載の方法、組成物、または2パック系。

25. 鋼に対して程度の小さな局部腐食とピット形成を示すことを特徴とする、請求項1～24のいずれか一項記載の方法、組成物、または2パック系。

26. 請求項2、または請求項4～21もしくは23～25のいずれか一項記載の組成物の消毒剤としての使用方法。

27. 消毒剤が医療装置の金属要素の消毒に適していることを特徴とする、請求項26に記載の使用方法。

28. 医療装置が内視鏡であることを特徴とする、請求項27に記載の使用方法。

【発明の詳細な説明】

組成物とその使用方法

本発明は、組成物、該組成物の製造方法、前記組成物を製造するための2パック系(two-pack system)、および前記組成物の使用方法に関する。より詳しくは、本発明は低級過脂肪酸の希薄水溶液から成る組成物と消毒剤組成物としての前記組成物の使用方法とに関する。

低級過脂肪酸は有効な広範スペクトル性の殺菌剤であって、使用における特別な利点として、対応する低級過脂肪酸しか残留物として残さず、したがって非環境汚染消毒剤が必要な用途に特に適するという利点を有する。本明細書全体にわたって、低級過脂肪酸というのは、たとえば、2～9個の炭素原子を含むカルボキシル脂肪酸(carboxylic aliphatic acid)に対応するものであること、特に過酢酸を考えている。過酢酸はすでに消毒剤用として工業的に重要な過酸となっているからである。以下の説明は過酢酸に関してなされるが、技術的背景が許すならば、過酢酸を他の過酸に読みかえることができる、と理解すべきである。

約45wt%の過酢酸を含む過酢酸水溶液が市販されている。そのような溶液は、酸触媒の存在下で、水性媒質中において、適当に濃縮した過酸化水素と酢酸を反応させることによって製造することができる。酸触媒は、通常、硫酸その他の強鉱酸である。酸触媒は反応混合物の約0.1～約5wt%存在させることができる。

過酢酸水溶液は反応物と反応生成物との平衡混合物であり、割合に強制的な反応条件の場合、たとえば一つ以上の相当量の触媒、高い反応温度、および濃厚反応混合物を使用した場合には、割合に短い時間で実質的な平衡に達しうる。反応混合物の2～5%の強酸触媒、30～50℃の温度、および約20wt%よりも大きな酸濃度を使用した場合、反応混合物は数時間以内に平衡に達しうる。ある種の用途において、あるいは長期の貯蔵を意図する場合、過酸生成物中に、特にたとえば個人または家庭衛生使用を意図する希薄生成物中に、触媒残留物が存在

するのは望ましくないと考えられる。多くの用途において、たとえば5wt%よ

りも低い、しばしば2wt%よりも低い、たとえば0.5~2wt%の濃度の過酢酸水溶液が必要である。0.5wt%よりも高い、たとえば0.5~1wt%の過酢酸濃度が、たとえばトイレ洗浄用途において、殺菌に特に有効である。そのような希薄過酢酸溶液は、適当に希薄な反応媒質中で酢酸と過酸化水素を反応させることによって直接に製造することができるが、平衡に達するのに非常に長い時間がかかりうる。さらに極端な希釈を意図する場合には、特にそうである。過酸濃度が1wt%よりも低い場合、反応に酸触媒を用いないときには、平衡に達するのに一ヶ月以上かかることがあり、反応に酸触媒を用いたときでも、一週間以上かかりうる。そのため、プラントと設備を大きな生産規模で酷使すること必要になる。

過酢酸の濃厚平衡溶液を水で希釈した場合、希釈の進行について、系の平衡点は、もとの反応物の再生成に有利な方向に、次第に変化する。希釈後に新たな平衡点に到達するのにかかる熟成時間 (ageing time) は、そのような希薄溶液を適当な反応物から直接に製造するのに必要な時間と大体同じ程度である。前記希釈溶液はすぐに使用することができるが、平衡状態ではなく、したがって貯蔵中に組成が変化する。また、そのような非平衡希釈溶液は、もとの濃度にあてはまる平衡点によって定められる組成を有し、これはある種の用途においては望ましくないであろう。

1955年、Greenspanら (Proc. 42nd Ann. Mtg. Chem. Spec. Man. Ass. Dec. 1955) は、安定な希薄過酢酸溶液を、過酸安定剤を希薄過酸溶液成分の相対濃度の適正な調節と組合わせて使用することにより製造することができる、ということを発表した。すなわち、製造された希薄溶液が完全な平衡にないときには、成分のバランスを調節することによって、安定を実現することができる。このような溶液は、市販の、たとえば、少量の鉱酸触媒の使用によって製造された完全な平衡状態にある過酢酸、の希釈によって製造することができる。

米国特許第4297298号明細書には、低級過脂肪酸の水溶液の製造方法が述べられている。この方法においては、第1の工程で、少量の強酸触媒の存在下

で前記過酸の濃縮溶液を対応するカルボン酸またはその無水物と濃縮過酸化水素とから製造し、次に、この溶液を、第1の工程からの少なくとも一つの反応物を含む溶液によって希釈して、過脂肪酸の濃度が混合物の規定濃度となるようにする。前記希釈反応物の濃度は、「いったん希釈が達成されたならば、系はもはや平衡状態にはないが、非常にゆっくりした速度でさらに過脂肪酸を生成する向きに移動する傾向を有するように」選択する。米国特許第4297298号明細書で明確に述べられているこの方法では、非常に高い濃度たとえば28~46%の過酸化水素を含む非平衡組成物が製造される。そのような濃度は、使用者が接触した場合に、皮膚の脱色や痛みを生じるであろう。

米国特許第4743447号明細書には、コンタクトレンズ消毒用の過酸化水素を基剤とする溶液の製造方法が述べられている。この溶液は、0.005~0.1wt%の過酢酸、1~8wt%の過酸化水素、および系が平衡に達するのに十分な酢酸を含む。そのような溶液は、非常に希薄な反応混合物を用いる、非常に長い平衡達成時間をする直接反応によって製造することができ、あるいは「弱い濃度」の過酢酸を含む安定な市販溶液に組成物の他の成分を加えることによって製造することができる。したがって、この教示内容の場合、最終生成物を製造するための、過酢酸の安定な弱い溶液を製造する独立の初期工程を避けることができない。

欧州特許公開第0357238号(Steris Corp)明細書には、強酸化体、銅および黄銅腐食防止剤、緩衝剤、少なくとも一つの防食剤(少なくともアルミニウム、炭素鋼、およびステンレス鋼に対する防食効果を示す)、および湿潤剤から成る抗菌組成物が開示されている。黄銅とアルミニウムに関して明確に述べられている腐食防止剤は、トリアゾールとモリブデン酸塩とから成る。これらは好ましくない毒性を有することが知られており、したがって医療環境における使用は望ましくない。

場合によっては、消毒剤組成物として使用する過酢酸組成物を、より高濃度の過酢酸溶液を第2の溶液(過酢酸組成物に有益な性質を与える成分たとえば腐食防止剤を含むことができる)で希釈することによって製造するのが望ましい。何らかの対策がない場合、あるいは対策がある場合でも、第2の溶液が過酢酸溶

液との混合に先立つ貯蔵中に、微生物たとえばかびおよび酵母によって汚染される、ということが起こりうる。したがって、このようなことの防止が望ましいが、そのような防止のために普通に推奨される化合物の多くは、過酢酸と不相溶性であるか、または毒性のために医療使用に望ましくないものでありうる。

本発明の目的は、消毒すべき金属要素を有する医療装置に使用することのできる、過酸の希薄溶液を基剤とする消毒剤組成物を提供することである。

本発明のある実施態様のもう一つの目的は、過酢酸を希釈して、金属要素を有する医療装置に使用できる組成物を製造するのに適当な溶液を提供することである。この溶液は微生物による汚染に対する抵抗力が改良されたものである。

本発明によれば、低級過脂肪酸から成る第1の水溶液を、過酸化水素、腐食防止剤、ならびに過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤から成る第2の水溶液と混合することから成ることを特徴とする、水性消毒剤組成物の製造方法が提供される。

もう一つの側面において、本発明は、低級過脂肪酸から成る第1の水溶液を、過酸化水素、腐食防止剤、ならびに過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤から成る第2の水溶液と混合することから成る方法によって得られる消毒剤組成物を提供する。本発明の過酸組成物は、平衡状態になく、当業者が平衡組成物に見出すことを予想する量に比べて割合に大きな濃度の安定剤を含み、また同様の濃度の過酸を含む、と理解すべきである。

さらにもう一つの側面において、本発明は消毒剤組成物の製造のための2パック系を提供する。この2パック系は、一つのパックが低級過脂肪酸から成る第1の水溶液を含み、他のパックが過酸化水素、腐食防止剤、ならびに過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤から成る第2の水溶液を含むことを特徴とする。

第1の水溶液は、好ましくは、低級過脂肪酸たとえば過酢酸を、前記第1の水溶液の2～10wt%の量だけ含み、さらに好ましくは3～7wt%の量だけ含む。第1の水溶液は、さらに、平衡溶液中での過酸化水素および／または過酸のための安定剤を含むことができる。適当なそれぞれの安定剤は20～10,000ppmの範囲の好ましい量だけ存在させることができる。好ましくは、過酸化水素と過酸との両方を溶液中で安定させるために、好ましい安定剤合計濃度は3

000～6000 ppmとなる。適当な過酸安定剤はジピコリン酸であり、また適当な過酸化水素安定剤としては、ホスホン酸およびその塩、たとえば、Monsantoが商標“Dequest”で販売している製品たとえばヒドロキシエチリデンジメチレンホスホネート、ジエチレントリアミンペンタメチレンホスホネート、およびエチレンジアミンテトラメチレンホスホネート、ならびに欧州特許公開第0426949号明細書で特許請求されている安定剤特にシクロヘキサン-1, 2-ジアミノテトラメチレンホスホン酸およびその塩(CDTMP)がある。通常、第1の溶液は、2頁と3頁(原文p. 1とp. 2)にまたがる段落で一般的に述べたように、適当な反応物と反応生成物との平衡混合物であり、また上で指定した過酸量は溶液中の過酸そのものの量を示す、と理解すべきである。本発明で有効な低級過脂肪酸の希薄溶液の好ましい製造方法は、PCT特許公開第WO91/13058号明細書に開示されている。

第2の水溶液中に存在する過酸化水素は好ましくは希薄溶液として存在する。多くの実施態様において、第2の水溶液中に存在する過酸化水素の濃度は、約5wt%を越えないと思われる。好ましくは、過酸化水素の濃度は約0.025～約1wt%であり、もっとも好ましくは約0.05～約0.5wt%であって、ある種の実施態様においては0.05～0.2wt%である。第2の水溶液中の過酸化水素の機能は、溶液中の微生物汚染物の増加を防止することである。

第2の水溶液は好ましくは該水溶液の0.1～5wt%さらに好ましくは0.1～1wt%の腐食防止剤を含む。好ましくは、腐食防止剤はアルカリ金属リン酸塩であり、もっとも好ましくは、リン酸カリウムである。第2リン酸カリウム(K_2HPO_4)がもっとも好ましい腐食防止剤である。

第2の水溶液は好ましくは該溶液の約0.1～約2wt%、しばしば0.1～1wt%、さらに好ましくは0.7wt%までの過酸化水素安定剤および/または過酸安定剤を含む。好ましくは、過酸化水素安定剤を使用する。好ましい過酸化水素安定剤はホスホン酸、およびその塩たとえば第1の水溶液に適当なものとして前述したようなものである。適当な過酸安定剤はジピコリン酸である。

特に好ましい実施態様において、第2の水溶液は0.025～1wt%の過酸化水素、0.1～0.7wt%のCDTMP、および0.1～1wt%の K_2H

P O₄ を含む。

本発明のある種の好ましい実施態様によれば、消毒剤組成物の製造のための 2 パック系が提供される。この 2 パック系は、一つのパックが 3 ~ 7 w t % の過酢酸から成る第 1 の水溶液を含み、他のパックが 0. 025 ~ 1 w t % の過酸化水素、0. 1 ~ 0. 7 w t % の CDTMPN および 0. 1 ~ 1 w t % の第 2 リン酸カリウムから成る第 2 の水溶液を含むことを特徴とする。

第 1 および第 2 の溶液の混合により、混合直後に、少なくとも約 0. 05 w t %、一般に約 1 w t % 以下の過酸を含む消毒剤組成物が生じる。多くの実施態様において、二つの溶液の混合物は、混合直後、約 0. 1 ~ 約 0. 25 w t % または約 0. 25 ~ 約 0. 5 w t % の過酸を含む。また、好ましくはこの混合物は、約 0. 1 ~ 約 5 % の腐食防止剤、ならびに約 0. 1 ~ 約 1 % の過酸化水素安定剤および／または過酸安定剤を含む。そのような混合物は、各溶液の成分濃度を考慮して、第 1 の溶液と第 2 の溶液との体積比を、しばしば少なくとも 1 : 5、通常は約 1 : 5 以下、好ましくは約 1 : 10 ~ 約 1 : 30 に選択することによって、首尾良く得られることが多い。

第 1 および第 2 の水溶液の一方または両方が消毒剤組成物において有用な他の成分たとえばトリアゾール腐食防止剤および／または湿潤剤を含むことができるが、これらの成分の存在は本発明の効果を得るのに本質的でない（実際、そのような成分はやや有害なこともある）。水溶液の一方または両方が指示薬、たとえば、色変化して二つの溶液が混合されたことを示すメチルレッドを含むことができる。

容易にわかるように、本発明の方法によって提供される組成物は平衡状態になく、したがって自然なりゆきで、この組成物の過酸成分は平衡状態に向かう。たとえば、この段落のすぐ上の段落で述べた組成物は、第 1 および第 2 の溶液を混合してから割合に短い時間内に変化しはじめ、時間の経過につれて、溶液中の過酸濃度は、溶液が平衡に進むために、減少する。通常の平衡は大体 2 日後に達成されると予想できる。ただし、この時間内に、過酸および／または過酸化水素が分解しないと仮定する。

本発明の組成物は医療用消毒剤としての使用に特に適している。好ましくは、

この組成物は、消毒の必要な金属要素たとえばアルミニウム、黄銅、銅、特に鋼の要素を有する医療装置の消毒に使用する。たとえば、この組成物は内視鏡の消毒に特に有効である。本発明は、S t e r i s の先行技術組成物を上回るさらなる利点を有しうる。本発明の組成物の選択成分は、相互作用して、金属要素特に鋼要素を、局部腐食たとえばピット形成から保護する。これは、モリブデン酸塩、トリアゾールおよび／または湿潤剤が存在する場合でも、より効果が大とは言えないにしても、同様である。この効果は、S t e r i s の特許明細書の4頁、7~9行の開示内容を考えると、ほとんど予想外のことである。

本発明は割合に大きな濃度の過酸を含む希薄組成物を提供するという利点を有する。さらに、本発明の方法は、組成物がすでにできあがった形で供給される場合に比べて、個別の水溶液の割合に長い保存寿命を可能とする。

以下では、例を用いて、本発明をさらに詳しく説明する。これらの例は本発明を限定するものではない。

例1 本発明による組成物の製造

5 w t %の過酢酸、20 w t %の過酸化水素、8 w t %の酢酸を含む溶液を、0. 1 w t %の過酸化水素、1 w t %のCD TMP（供給されたまま、14 w t %活性成分）、0. 8 %の第2リン酸カリウム、および10 ppmの0. 01 %メチルレッド溶液を含む溶液で14倍に希釈して、3, 500 ppmの過酢酸を含む溶液を作った。

例2 微生物チャレンジ試験

0. 1 w t %の過酸化水素、1 w t %のCD TMP（供給されたまま、14 w t %活性成分）、および0. 8 %の第2リン酸カリウムを含む溶液を、German Society for Hygiene and Microbiology（ドイツ衛生学・微生物学協会）生体外試験によって試験した（DGHM Standards for the Examination and Determination of Chemical Disinfectant Processes, 1981, In vitro tests, Determination of bacteriostatic and fungistatic efficiency（化学消毒剤法の試験と決定に関するD

GHM標準規格、1981、生体外試験、静菌・静真菌効能の決定）。使用した試験生物は、細菌*Staphylococcus aureus*、ATCC6538、*Pseudomonas aeruginosa*、ATCC15442、および真菌*Candida albicans*、ATCC10231である。この試験の結果は溶液中で細菌および真菌どちらの成長も阻害されることを示した。

もう一つのチャレンジ試験を、0.4wt%のCDTMP(100%)、0.8%の第2リン酸カリウム、および0.3wt%の過酸化水素を含む溶液に対して実施した。対照標準として、過酸化水素を含まない同じ配合物を使用した。200mlの溶液に対して、試験開始時に、細菌*Staphylococcus aureus*、ATCC6538(細胞数 18×10^8 cfu/ml)および*Pseudomonas aeruginosa*、ATCC15442(細胞数 3.0×10^7 cfu/ml)ならびに真菌*Candida albicans*、ATCC10231(細胞数 1.2×10^6 cfu/ml)の0.1mlの培養液によってチャレンジし、7日後、*Aspergillus niger*、IM149007(細胞数 2.9×10^7 胞子/ml)によってチャレンジした。試料は、室温で、頂部がねじ込み式の(screw top)ジャー内に6か月間保存し、生残り培養菌を定期的に調べた。生残り培養菌は、1mlの溶液試料を1/4濃度のリングル液で希釈し、そのあと次のような培養を行うことによって数えた。*Staphylococcus aureus*と*Pseudomonas aeruginosa*は、トリプトーン大豆液体培地(Tryptone Soya Broth)中で、37℃、24時間培養し、*Candida albicans*は、トリプトーン大豆液体培地中で、37℃、72時間培養し、*Aspergillus niger*は、胞子が発達するまで(5~10日間)、麦芽抽出寒天(Malt Extract Agar)中で、30℃で培養した。対照標準溶液(本発明によらない)においては、生残りコロニーの数は、 $1.3 \times 10^6 \sim 2.4 \times 10^7$ cfu/mlの範囲にあり、6か月後の数は、 4.7×10^6 cfu/mlであった。本発明による溶液においては、*Aspergillus niger*の添加後24時間の場合に、 4×10^3 cfu/ml

が観察されたほかは、生残りコロニーは存在しなかった。しかし、前記生残りコロニーが存在する場合でも、さらに24時間保存すると、生残りコロニーはなくなった。

微生物チャレンジ試験のこの結果は、本発明による組成物が微生物増殖を有効に防止し、長期間貯蔵の場合の微生物汚染に対してすぐれた抵抗力を与える、ということを示す。

例3 化学的安定性試験

本発明において第2の水溶液として使用するのに適当な溶液試料（配合物1）を、4サンプル用意した。この試料は、0.3wt%の過酸化水素、0.14wt%のCDTMP（100%）、0.8%の第2リン酸カリウム、0.3%のベンゾトリアゾール、および10ppmの0.01%メチルレッド溶液を含む。追加分の0.2%ベンゾトリアゾールを含む別の4サンプル（配合物2）を用意した。これらのサンプルを、周囲温度（約20℃）、28℃、32℃、および40℃の各温度で1か月間保存し、過酸化水素濃度を分析した。分析の結果によれば、両方の溶液において、どの保存温度でも過酸化水素の損失は見られなかった。また、これらのサンプルを、5wt%の過酢酸、20wt%過酸化水素、および8wt%酢酸の溶液の14倍希釈によって、約3,500ppmの過酢酸を含む本発明による組成物を製造するのに使用した。本発明によるこの溶液を、過酢酸および過酸化水素濃度について分析し、5日間保存してから再び過酢酸および過酸化水素濃度を調べた。結果を下に示す。この結果はすぐれた化学的安定性を示している。

サンプル／時間	1日目		5日目	
	% H ₂ O ₂	% PAA	% H ₂ O ₂	% PAA
配合物1				
初期	2.16	0.37	2.15	0.24
下記温度で1か月				
周囲温度	2.03	0.37	2.21	0.26
28°C	2.01	0.34	2.10	0.24
32°C	2.05	0.34	2.11	0.26
40°C	2.04	0.40	2.10	0.30
配合物2				
初期	1.98	0.35	1.99	0.22
下記温度で1か月				
周囲温度	2.06	0.39	2.08	0.25
28°C	2.08	0.35	2.11	0.26
32°C	2.12	0.29	2.11	0.28
40°C	2.06	0.35	2.02	0.26

例4 腐食性試験

5wt%過酢酸、20wt%過酸化水素、8wt%酢酸の溶液を、0.3wt%の過酸化水素、0.14wt%のCDTMP(100%, <25ppm塩化物)、0.8%第2リン酸カリウム、および10ppmの0.01%メチルレッド溶液を含む溶液で25倍に希釈して、2,000ppmの過酢酸を含む消毒剤溶液を作った。軟鋼とステンレス鋼316の一対のクーポンを、室温(平均20°C)で、この消毒剤溶液のサンプルに72時間浸漬した。消毒剤溶液は1日ごとに新鮮な溶液で完全に置換えた。試験完了時のクーポン検査によれば、クーポンにはごくわずかの局部腐食が見られただけであった。

【国際調査報告】

1 INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/GB 94/00010
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC5: A01N 37/15, A01N 59/00, A01N 25/22, A61L 2/18, C07C 409/24 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
IPC5: A01N, A61L, C07C		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
CA		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO, A1, 9113058 (INTEROX CHEMICALS LIMITED ET AL.), 5 Sept 1991 (05.09.91), see page 9, first paragraph; the claims	1-3
A	--	4-28
X	US, A, 4297298 (F. CROMMELYNCK ET AL.), 27 October 1981 (27.10.81), see the claims; column 3, line 53, line 58 - line 66	1-3
A	--	4-28
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier document but published on or after the international filing date "C" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "D" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "E" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
17 March 1994		19. 04. 94
Name and mailing address of the International Searching Authority		
 European Patent Office, P.O. Box 8043 Potsdamerstrasse 2 NL-2280 HV Rijswijk Tel (+31-70) 340-2000, Telex 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-3016		
Authorized officer GERD STRANDELL		

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/GB 94/00010

C (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO, A1, 9113059 (PEROXIDOS DO BRASIL LTDA. ET AL.), 5 Sept 1991 (05.09.91), see the claims	1-5
A	--	6-28
X	DE, A, 2451904 (DAICEL LTD.), 7 May 1975 (07.05.75)	1-9
A	--	10-28
X	Chemical Abstracts, Volume 104, No 19, 12 May 1986 (12.05.86), (Columbus, Ohio, USA), US Food and Drug Administration, "Indirect food additives: adjuvants, production aids, and sanitizers; hydrogen peroxide; etc.", page 547, THE ABSTRACT No 167038W, Fed. Regist. 1986, 51 (42), 7438-7439	1-5
A	--	6-28
A	EP, A1, 0426949 (INTEROX CHEMICALS LIMITED), 15 May 1991 (15.05.91)	1-28
A	--	
A	EP, A2, 357238 (STERIS CORPORATION), 7 March 1990 (07.03.90), see the claims	1-28
A	--	
A	US, A, 4051058 (W.G. BÖWING ET AL.), 27 Sept 1977 (27.09.77), see column 2, line 1B - line 68; the claims	1-28
	--	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT Information on patent family members			SA 3900	International application No.
		28/01/94	PCT/GB 94/00010	
Patent document cited in search report	Publication date	Patent Family member(s)	Publication date	
WO-A1- 9113058	05/09/91	AU-A- 7249391 EP-A- 0517742 JP-T- 5504357	18/09/91 16/12/92 08/07/93	
US-A- 4297298	27/10/81	CA-A- 1140150 EP-A, B- 0024219 FR-A- 2462425 JP-C- 1651850 JP-B- 3004545 JP-A- 56032453	25/01/83 25/02/81 13/02/81 30/03/92 23/01/91 01/04/81	
WO-A1- 9113059	05/09/91	AU-B- 640466 AU-A- 7319791 EP-A- 0515486	26/08/93 18/09/91 02/12/92	
DE-A- 2451904	07/05/75	FR-A, B- 2249878 JP-C- 909552 JP-A- 50071615 JP-B- 52038009	30/05/75 08/05/78 13/06/75 27/09/77	
EP-A1- 0426949	15/05/91	AU-B- 635289 AU-A- 5906390 JP-A- 3153505 US-A- 5130053	18/03/93 16/05/91 01/07/91 14/07/92	
EP-A2- 357238	07/03/90	NONE		
US-A- 4051058	27/09/77	AT-B- 349653 BE-A- 845228 CA-A- 1050877 CH-A- 620676 DE-A, C- 2536618 FR-A, B- 2321302 GB-A- 1563713 JP-C- 1353957 JP-A- 52025034 JP-B- 61014122 NL-A- 7608266 SE-B, C- 438424 SE-A- 7608459 AT-B- 350194 CA-A- 1050876 DE-A, C- 2616049 FR-A, B- 2321301 GB-A- 1561680 JP-C- 1441322 JP-A- 52025011 JP-B- 61010465 NL-A- 7608265 US-A- 4051059	25/04/79 16/02/77 20/03/79 15/12/80 24/02/77 18/03/77 26/03/80 24/12/86 24/02/77 17/04/86 18/02/77 22/04/85 17/02/77 10/05/79 20/03/79 27/10/77 18/03/77 27/02/80 30/05/88 24/02/77 29/03/86 18/02/77 27/09/77	

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 1992)

フロントページの続き

(81) 指定国 E P { A T, B E, C H, D E,
DK, E S, F R, G B, G R, I E, I T, L U, M
C, N L, P T, S E }, O A { B F, B J, C F, C G
, C I, C M, G A, G N, M L, M R, N E, S N,
T D, T G }, A U, B B, B G, B R, B Y, C A,
C N, C Z, F I, H U, J P, K P, K R, K Z, L
K, L V, M G, M N, M W, N O, N Z, P L, R O
, R U, S D, S K, U A, U S, U Z, V N